

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-069032

(43)Date of publication of application : 11.03.1994

(51)Int.Cl. H01F 10/16  
G11B 5/127  
G11B 5/147

(21)Application number : 04-217801

(71)Applicant : MITSUBISHI  
ELECTRIC CORP

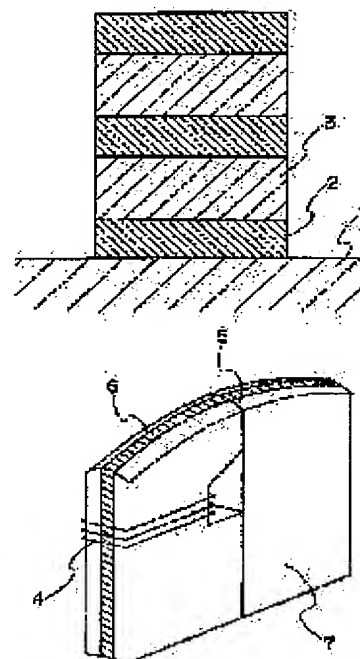
(22)Date of filing : 17.08.1992 (72)Inventor : TAKANABE SHOICHI

## (54) LAMINATED MAGNETIC THIN FILM AND MAGNETIC HEAD USING SAME

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To enable a magnetic head to show soft magnetic characteristics and obtain a high saturation magnetic flux density and a high permeability even if a heat treatment is performed on the magnetic head by a method wherein one end of a laminated material consisting of a magnetic thin film is provided with a magnetic core having a magnetic gap and a coil, which is revolved around the core, and the laminated material consisting of the magnetic thin film is formed of a laminated magnetic thin film.

**CONSTITUTION:** A heat treatment is performed on a multilayer film obtained by laminating alternately iron-nitrogen compound layers 2 containable iron and Co amorphous alloy layers 3 on a substrate 1 at a temperature region of 450° C or higher to diffuse nitrogen in the layer 3 from the layers 2 and a laminated magnetic thin film having the heat-resistant Co amorphous alloy layers 3 is obtained. Thereby, even if a heat treatment having a process to perform a glass molding is performed on a magnetic head for fusion-welding a gap in the magnetic head at 500° C or thereabouts, the



magnetic head is superior in soft magnetic characteristics and can possess a high saturation magnetic flux density and a high permeability. Accordingly, the laminated magnetic thin film can be formed on a magnetic core 6 of the magnetic head.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-69032

(43)公開日 平成6年(1994)3月11日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 10/16				
G 1 1 B 5/127	K	7303-5D		
5/147		7303-5D		

審査請求 未請求 請求項の数4(全7頁)

(21)出願番号 特願平4-217801

(22)出願日 平成4年(1992)8月17日

(71)出願人 000006013

三菱電機株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目2番3号

(72)発明者 高鍋 昌一

尼崎市塚口本町8丁目1番1号 三菱電機  
株式会社材料デバイス研究所内

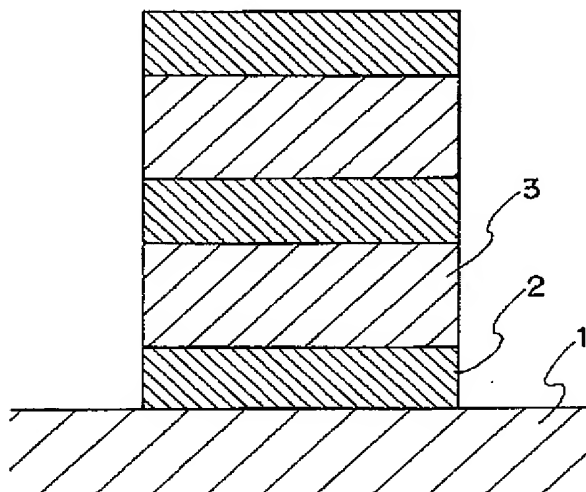
(74)代理人 弁理士 高田 守

(54)【発明の名称】 積層磁性薄膜およびそれを用いた磁気ヘッド

(57)【要約】

【目的】 500℃前後の熱処理を施しても10e程度以下の軟磁気特性を示し、飽和磁束密度が1T前後の磁気特性を有する積層磁性薄膜および前記磁性薄膜を有する磁気ヘッドをうる。

【構成】 Co系非晶質合金層と鉄を含みうる鉄のチッ素化合物層との多層膜、前記多層膜を熱処理することを特徴とする積層磁性薄膜の製法、前記製法によりえられた磁性薄膜および前記磁性薄膜を用いた磁気ヘッド。



2 鉄を含みうる鉄のチッ素化合物層

3 Co系非晶質合金層

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 Co系非晶質合金層と鉄を含みうる鉄のチッ素化合物層とが積層されてなる多層膜。

【請求項2】 請求項1記載の多層膜に熱処理を施して、鉄を含みうる鉄のチッ素化合物からCo系非晶質合金層にチッ素を拡散させることを特徴とする耐熱性の改善されたCo系非晶質合金層を有する積層磁性薄膜の製法。

【請求項3】 請求項2記載の製法によりえられた積層磁性薄膜。

【請求項4】 磁性薄膜の積層体で形成され、一端に磁気ギャップを有する磁気コアと、該磁気コアを周回するコイルとからなる磁気ヘッドであって、前記磁性薄膜が請求項3記載の薄膜で形成されてなる磁気ヘッド。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、たとえば高周波帯域用VTRなどの磁気ヘッドに用いられる積層磁性薄膜、その製法、それを用いた磁気ヘッドおよび積層磁性薄膜の製造に用いられる多層膜に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来から磁気ヘッド材料として、Fe-Al-Siを主成分とするセンダスト合金やCo-Zr-Nbなどを成分とする非晶質合金、フェライト材料などが用いられている。しかし、近年になって情報の高密度化に伴い記録媒体も従来に比べて高抗磁力を有するものに移行しつつあり、より高い飽和磁化Msを有する軟磁性材料が要求されるようになってきている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、フェライトは飽和磁化Msが0.2~0.6Tと小さく、センダスト合金は、磁気ヘッドに適用可能な組成領域が狭いために、量産に不向きである。一方、非晶質合金は、原理的に結晶磁気異方性がなく、軟磁気特性は優れているものの、耐熱性に劣り高温で結晶化し、特性が劣化するという問題がある。

【0004】たとえば、ヘッドコア部を形成する軟磁性薄膜は、高飽和磁束密度(1T以上)、高透磁率(2000以上)が要求されるが、Co系非晶質合金のばあい飽和磁束密度を大きくすると、それに反比例するように結晶化温度は低くなる。実際に、前記Co系非晶質合金の飽和磁束密度を0.7Tから0.8Tまであげたばあい、結晶化温度は580℃から550℃まで下がる。非晶質合金のばあいには、結晶化温度が550℃であっても500℃前後で熱処理を施すと結晶化が進行する。

【0005】磁気コア部にCo系非晶質合金を用いた積層膜ヘッドを製造する際には、基板とCo系非晶質合金の接合を行う(磁気ヘッドギャップの溶着)ために500℃前後でガラスモールドを施すばあいがあるが、このばあい前記Co系非晶質合金が一部結晶化してしまい、磁

気特性が劣化するという問題がある。

【0006】前記問題に対し、Co系非晶質合金の結晶化温度もしくは耐熱性を向上させるための試みとして、イオンビームスパッタ装置により非晶質合金をチッ化する方法がある。しかし、イオンビームスパッタ法では、成膜レートが低く、しかも装置のメンテナンスも大変であるため、磁気ヘッドのような大量生産には向かないという問題がある。

【0007】また、耐熱性をあげる別の試みとして特公昭63-312307号公報に開示されているように、たとえばチッ素を含むガスを利用したRFスパッタ法により非晶質合金の膜厚方向にチッ素を周期的に導入した組成変調構造にすることにより軟磁性を損なうことなく熱安定性に優れた特性の磁性膜をうるという方法がある。しかし、この方法によれば、チッ素変調周期が数十Å程度と小さく、そのために量産には適さないといった問題がある。

【0008】本発明は、前記のような問題を解消するためになされたもので、500℃以上の熱処理を施しても10e以下の軟磁気特性を示し、飽和磁束密度が1T前後と高く、高透磁率であり、Co系非晶質合金を有する積層磁性薄膜および前記積層磁性薄膜を有する磁気ヘッドをうることを目的とする。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明の多層膜は、Co系非晶質合金層と鉄を含みうる鉄のチッ素化合物層とが積層されてなるものである。

【0010】また、本発明の耐熱性の改善されたCo系非晶質合金層を有する積層磁性薄膜の製法は、前記多層膜に熱処理を施して、鉄を含みうる鉄のチッ素化合物からCo系非晶質合金層にチッ素を拡散させることを特徴とするものである。

【0011】また、本発明による積層磁性薄膜は前記製法により製造されてなる薄膜である。

【0012】さらに、本発明による磁気ヘッドは、磁性薄膜の積層体で形成され、一端に磁気ギャップを有する磁気コアと該磁気コアを周回するコイルとからなる磁気ヘッドであって、前記磁性薄膜の積層体が前記積層磁性薄膜で形成されてなることを特徴とする。

## 【0013】

【作用】本発明の多層膜を用い、本発明の方法により作製した積層磁性薄膜は、600℃で熱処理を施しても10e程度の軟磁気特性を示し、その結果、500℃前後のガラスモールドの工程を有する磁気ヘッドにも適用が可能になった。

## 【0014】

【実施例】本発明の積層磁性薄膜を作製するためには、Co系非晶質合金層と鉄を含みうる鉄のチッ素化合物層とを有する多層膜をまず形成する。

【0015】前記多層膜は、図1に示すようにたとえば

Siウエハー、ガラス基板などの基板1の上に鉄を含みうる鉄のチッ素化合物層2とCo系非晶質合金層3が交互に積層された多層膜である。

【0016】前記多層膜に用いられるCo系非晶質合金としては、たとえばCoZrNb、CoTi、CoZrTa、CoMoBZr、CoVZr、CoMoSiZr、CoMoZr、CoMoVZrなどのCo系非晶質合金があげられ、その組成としては、たとえば非晶質CoZrNb合金のばあい、Co65~93%（原子%、以下同様）、Zr0~20%、Nb0~20%が好ましく、その他の合金もCoを65~93%含有するものが好ましい。

【0017】鉄のチッ素化合物としては、Fe<sub>3</sub>N、Fe<sub>2</sub>N、Fe<sub>4</sub>Nなどがあげられる。鉄を含みうる鉄のチッ素化合物層は、前記鉄のチッ素化合物の他、鉄原子が存在してもよい。

【0018】前記化合物層中のチッ素含有量をコントロールするため、前記鉄のチッ素化合物のうちの数種類を混在させ、前記鉄のチッ素化合物の割合を変化させることによりその含有量を変化させる。前記化合物中のチッ素含有量は、30%以上が好ましい。

【0019】前記多層膜中のCo系非晶質合金層の厚さは1000~3000Åが好ましく、鉄を含みうる鉄のチッ素化合物の層の厚さは50~100Åが好ましい。最上層と最下層は鉄を含みうる鉄のチッ素化合物層の方が好ましい。

【0020】前記熱処理前の多層膜の保磁力は2~100Oe、飽和磁束密度は0.9~1.6Tが好ましい。

【0021】前記多層膜の形成は、たとえば以下のような方法により行う。Co系非晶質合金の層は、たとえばAr中で前記合金の組成を有するターゲットを用いてRFスパッタ法により形成し、鉄を含みうる鉄のチッ素化合物の層は、たとえばターゲットに純鉄を用いて、チッ素を含有するアルゴン雰囲気中でRFスパッタ法により形成する。この際、アルゴン中のチッ素含有量を変化させることにより、形成された鉄を含みうる鉄のチッ素化合物層のチッ素含有量を変化させることができる。

【0022】多層膜の積層は、鉄を含みうる鉄のチッ素化合物層、Co系非晶質合金層の順に交互に積層していくことにより行う。

【0023】つぎに、前記多層膜を使用して、前記多層膜に熱処理を施して、鉄を含みうる鉄のチッ素化合物層からCo系非晶質合金層にチッ素を拡散させ、耐熱性の改善されたCo系非晶質合金層を有する積層磁性薄膜をうる。

【0024】熱処理は、チッ素をCo系非晶質合金層に拡散させてチッ化を充分に行なうため、450°C以上の温度領域で行うのが好ましく、熱処理時間は1~2時間程度が好ましい。

【0025】前記熱処理により、前記多層膜中の鉄を含みうる鉄のチッ素化合物よりチッ素が放出され、Co系非晶質合金層に拡散して、前記Co系非晶質合金層がチ

ッ化される。

【0026】チッ素供給層の条件として、熱処理を施した際、チッ素を放出しやすいチッ素化合物であることがあげられる。本発明で用いる鉄原子のチッ化物は、チッ素と鉄原子の結びつきが弱いために、前記の条件を満足している。Al、Siなどのチッ化物は、チッ素との結合が強いので、熱処理を施してもチッ素を放出しにくいので好ましくない。

【0027】前記熱処理によりえられた積層磁性薄膜は、前記したように多層膜中でのチッ素の拡散により、多層膜中のCo系非晶質合金層がチッ化されているが、チッ化の程度についてはCo系非晶質合金層の外側（チッ素化合物側）にいくほどチッ化の程度が高く、層の中心に近くなるほどチッ化の程度が低い。

【0028】一方、チッ素を含有している鉄を含みうる鉄のチッ素化合物の層は熱処理によってチッ素を放出するが、たとえば450°Cの熱処理により20~30%のチッ素が放出され、また、600°Cの熱処理では、90~100%のチッ素が放出される。

【0029】また、前記鉄のチッ素化合物であった層は、600°C熱処理後はチッ素をほとんど含まない鉄系合金（たとえばFeCo合金など）を形成する。

【0030】前記熱処理によりえられた積層磁性薄膜は、たとえば450°Cの熱処理で前記Co系非晶質合金層中に0~4%のチッ素が含有されるようになり、また、600°Cの熱処理では、その含有量は8~9%となる。

【0031】前記積層磁性薄膜は、Co系非晶質磁性薄膜としてCo<sub>77.5</sub>Zr<sub>1.2</sub>Nb<sub>1.5</sub>の組成（重量%）のものを使用したばあい、その保磁力は0~20Oeとなる。また、飽和磁束密度は0.8~0.85T、比透磁率は異方性磁界が30eのとき、約2500となる。

【0032】また、このような熱処理を施すことによりえられた本発明の積層磁性薄膜は、550~600°C程度の熱処理を施してもその磁気特性は変化しない。したがって、500°C前後で磁気ヘッドのギャップを溶着するためにガラスモールドを施す工程を有する磁気ヘッドにも、本発明の積層磁性薄膜を用いることができる。

【0033】つぎに、前記積層磁性薄膜を磁気コアとして用いた磁気ヘッドについて説明する。

【0034】本発明の磁気ヘッドは、磁性薄膜の積層体で形成され、一端に磁気ギャップを有する磁気コアと、該磁気コアを周回するコイルとからなる磁気ヘッドであって、前記磁性薄膜が前述した積層磁性薄膜で形成されてなる。

【0035】前記磁気ヘッドの一例を示すと図2のようになる。

【0036】図2において、4はコイル、5はもれ磁束を発生させて磁気記録を行い、磁気信号を再生する磁気ギャップ、6は本発明の積層磁性薄膜からなる磁気コア、7は基板である。

【0037】この磁気ヘッドでは、記録はコイル4に流れる信号電流により発生する磁束が磁気コア6を流れ、磁気ギャップ5での漏れ磁束で磁気記録媒体に信号を記録する。また、再生は磁気記録媒体からの漏れ磁束を磁気ギャップ5で拾い、磁気コア6を流れる磁束の変化を電磁誘導によりコイル4に発生する電圧に変換する。

【0038】前記磁気ヘッドは、本発明でえられた積層磁性薄膜を用いているため、情報を高密度で記録、再生でき、たとえばCoZrNb磁性薄膜に比べて、磁気ヘッド製造工程で適用可能な温度が、500°Cから650°C前後

まで高くなる。

【0039】つぎに具体的な実施例について説明する。  
【0040】[実施例1~3] 図1に示すようなCo系非晶質合金層3 (Co<sub>77.3</sub>Zr<sub>5.2</sub>Nb<sub>17.5</sub>) および鉄を含みうる鉄のチッ素化合物 (以下、FeN<sub>x</sub> という) 層2の多層膜を作製した。

【0041】FeN<sub>x</sub> 膜の形成は、ターゲットに純鉄を用い、アルゴン中にチッ素を10vol%含有する雰囲気中でRFスパッタ法により行い、前記膜上に非晶質Co<sub>77.3</sub>Zr<sub>5.2</sub>Nb<sub>17.5</sub>膜 (以下、CoZrNb膜という) を、ターゲットに前記組成を有する合金を用いてRFスパッタ法により形成した。FeN<sub>x</sub> 膜の膜厚は400Åであり、CoZrNb膜の膜厚は1000Åであった。

【0042】以降、同様の方法で交互にFeN<sub>x</sub> 膜とCoZrNb膜を形成して、全部で15層からなる多層膜を作製した (実施例1)。

【0043】つぎに同様の方法でFeN<sub>x</sub> 膜の膜厚は400Åとし、CoZrNb膜はその厚さを1500Å (実施例2)、2000Å (実施例3) と変化させた2種類の多層膜

を作製した。  
【0044】[実施例4~9および比較例1] FeN<sub>x</sub> 膜を形成する際のアルゴン中のチッ素濃度を30vol% (実施例4~6)、50vol% (実施例7~9) と変化させた他は、実施例1~3の方法と同様にそれぞれ前記のFeN<sub>x</sub> 膜に対しCoZrNb膜の膜厚を1000Å、1500Å、2000Åと変化させ、多層膜を作製した。

【0045】なお、比較のため純アルゴン雰囲気中でFe膜 (400Å) を形成し、CoZrNb膜の膜厚を実施例1と同様に形成して多層膜を作製した (比較例1)。

【0046】前記多層膜中のFeN<sub>x</sub> 膜について、アルゴン中のチッ素濃度を変化させ、形成されたFeN<sub>x</sub> 膜中のチッ素含有量をEPMAにより分析した。その結果を、図3に示す。図3において、横軸はアルゴン中のチッ素濃度、縦軸はFeN<sub>x</sub> 膜中のチッ素含有量を示す。

【0047】図3よりわかるように、FeN<sub>x</sub> 膜のチッ素含有量はアルゴン中のチッ素濃度が高くなるにつれて多くなり、チッ素濃度が50vol%のとき、FeN<sub>x</sub> 膜のチッ素含有量は33原子%となる。

【0048】また、前記実施例および比較例で形成した

FeN<sub>x</sub> 膜およびFe膜の構造をX線回折分析により調べた。その結果を図4に示す。図4は、アルゴン中のチッ素濃度を0、10、30、50vol%としたときに形成されたFeN<sub>x</sub> 膜のX線回折図であり、横軸は回折角(2θ)を示し、縦軸は回折強度を示す。

【0049】図4よりわかるように、各チッ素濃度に対するFeN<sub>x</sub> 膜の構造は、純アルゴン中 (チッ素濃度0vol%) では、メインピークとしてα-Fe (110)が認められるが、チッ素濃度が高くなるにしたがってFe<sub>2</sub>N、Fe<sub>3</sub>N-Fe<sub>4</sub>N (101)ピークにシフトしていく。

【0050】[実施例10] つぎに、実施例1~9でえられた多層膜を450°C、550°C、600°Cでそれぞれ1時間熱処理した。

【0051】図5および図6は450°C、600°Cでそれぞれ熱処理する前および熱処理したのちにおけるFeN<sub>x</sub> 層からCoZrNb層へのチッ素拡散を示すオージェ電子分光法によるプロファイルである。図5および図6において、左側の図は熱処理前、右側の図は熱処理後である。また、横軸はスパッタリング時間であり、膜の深さに相当する。縦軸は各原子のオージェスペクトル強度を示している (任意単位)。ただし、Zr原子については、膜内の量が少ないために測定を行っていない。最表層はFeN<sub>x</sub> 層であるが、これはスパッタリング時間が0~数分のFeおよびN原子のスペクトルと対応している。

【0052】450°Cで熱処理したばあい、チッ素はCoZrNb層にある程度拡散していることがわかる。一方、600°Cで熱処理したばあい、CoZrNb層にチッ素が十分に拡散していることがわかる。また、600°Cで熱処理したばあい、チッ素原子の層内の分布は、Nb原子の分布ときわめて似ていることからチッ素とNbが化合物を形成していることが推定される。

【0053】つぎに図7、8に550°Cおよび600°Cで1時間熱処理したのち保磁力を測定した結果を示す。図7、8において、横軸はFeN<sub>x</sub> 膜成膜時のアルゴン中のチッ素濃度を示し、縦軸は保磁力を示す。また、図中、は積層磁性薄膜中のCoZrNb膜の厚さが1000Åのもの、□はCoZrNb膜の厚さが1500Åのもの、△はCoZrNb膜の厚さが2000Åのものを示す。FeN<sub>x</sub> 成膜時のアルゴン中のチッ素濃度が0、10vol%のばあい、保磁力は100Oeをこえている。それに対してアルゴン中のチッ素濃度が30、50vol%のばあい、保磁力はともに1~2Oe程度を示している。

【0054】この結果により、FeN<sub>x</sub> 膜を形成する際、アルゴン中30vol%以上のチッ素を含有する雰囲気中でスパッタを行い、膜中に20%以上のチッ素を含有する鉄をベースとしたチッ素化合物の膜を含有する多層膜を作成し、前記多層膜を550°C~600°Cで熱処理してFeN<sub>x</sub> 膜中のチッ素を拡散させ、多層膜中のCoZrNb層に4~5原子%以上のチッ素を導入することにより、

えられた積層薄膜磁性層は1~2 Oe程度の難磁気特性を示すことがわかる。また、熱処理温度が550°C~600°Cと高いため、再度600°C前後で熱処理を行ってもその磁気特性は変化しない。

【0055】また、飽和磁束密度は、膜厚が1~2  $\mu\text{m}$ のCoZrNb単層のばあい0.85Tであったが、実施例1~9の多層膜に熱処理を施すと、1.2~1.3Tと大きくなっている。

【0056】

【発明の効果】本発明の多層膜は、熱処理により積層磁性薄膜をうるために好適な多層膜である。また、前記多層膜を使用して熱処理を行う本発明の積層磁性薄膜の製法により、軟磁気特性に優れ、高い飽和磁束密度と高透磁率を有する積層磁性薄膜をうることができる。

【0057】さらに、前記磁性薄膜は、前記のような磁気特性を有するため、情報を高密度で記録、再生できる本発明の磁気ヘッドに用いることができる。

【図面の簡単な説明】

\*

\*【図1】本発明の多層膜を示す断面図である。

【図2】本発明の磁気ヘッドを示す断面図である。

【図3】本発明の多層膜のFeNx膜中チッ素の含有量と前記FeNx膜を作成する際のチッ素濃度の関係を示すグラフである。

【図4】本発明の多層膜中のFeNx膜のX線回析図である。

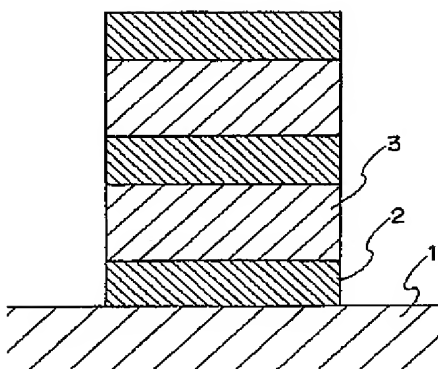
【図5】本発明の積層磁性薄膜のオージェ分光法による分析結果を示すグラフである。

10 【図6】本発明の積層磁性薄膜のオージェ分析法による分析結果を示すグラフである。

【図7】本発明の積層磁性薄膜の保磁力をFeNx膜形成時のアルゴン中のチッ素濃度に対してプロットしたグラフである。

【図8】本発明の積層磁性薄膜の保磁力をFeNx膜形成時のアルゴン中のチッ素濃度に対してプロットしたグラフである。

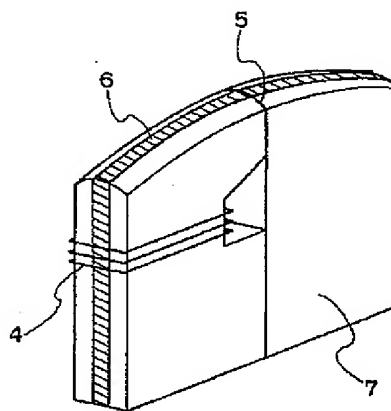
【図1】



2 鉄を含みうる鉄のチッ素化合物層

3 Co系非晶質合金層

【図2】



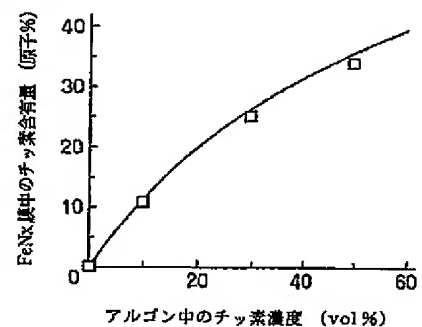
4 コイル

5 磁気ギャップ

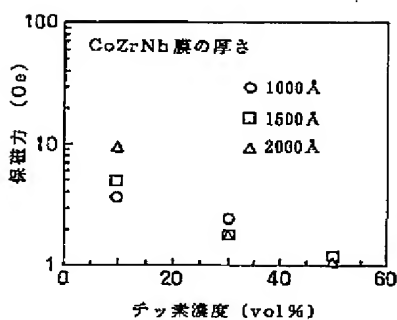
6 積層磁性薄膜

7 基 板

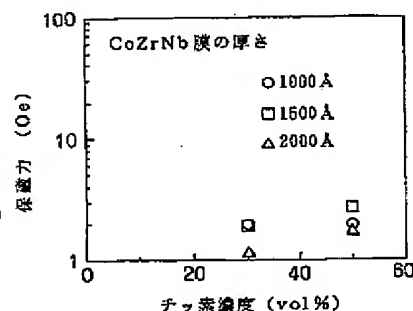
【図3】



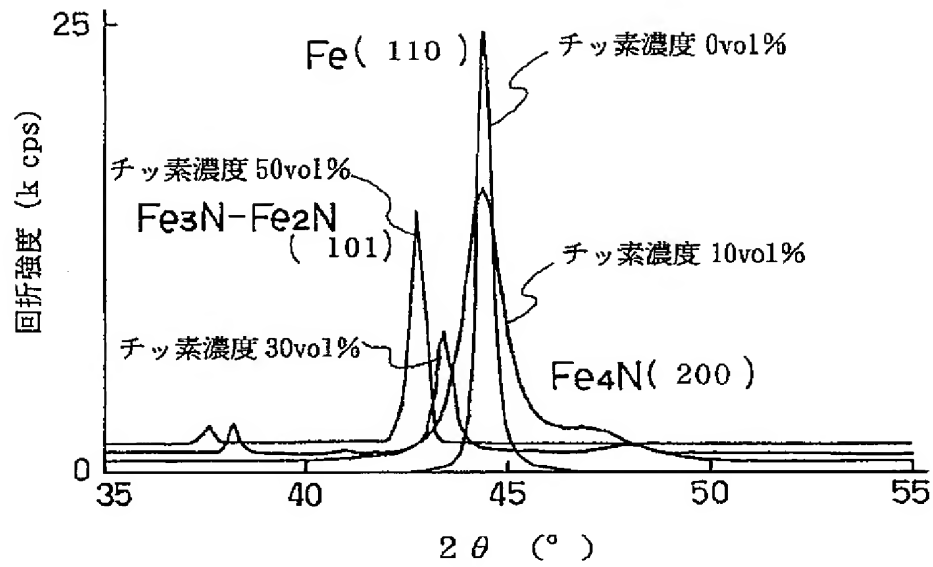
【図7】



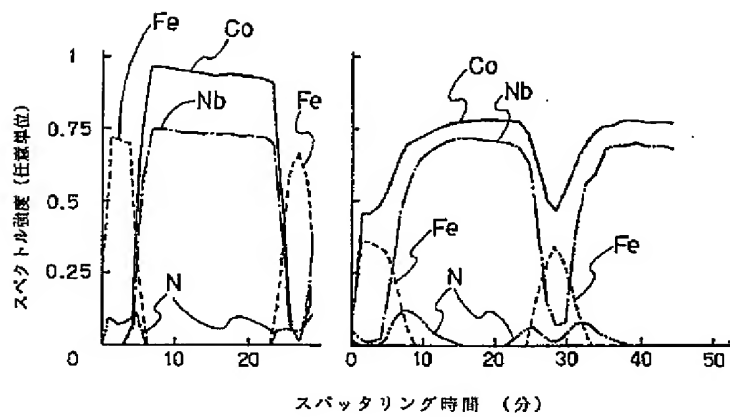
【図8】



【図4】



【図5】





【図6】

